

IN THE U.S. PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant(s): KIMURA, Tsuneo

Application No.:

Group:

Filed: October 12, 2001

Examiner:

For: ROOM TEMPERATURE CURABLE ORGANOPOLYSILOXANE COMPOSITIONS

JC986 U.S. PTO
09/974843
10/12/01

2nd.
5/9/02
#2

L E T T E R

Assistant Commissioner for Patents
Box Patent Application
Washington, D.C. 20231

October 12, 2001
0171-0789P

Sir:

Under the provisions of 35 USC 119 and 37 CFR 1.55(a), the applicant hereby claims the right of priority based on the following application(s):

<u>Country</u>	<u>Application No.</u>	<u>Filed</u>
JAPAN	2000-312022	10/12/00

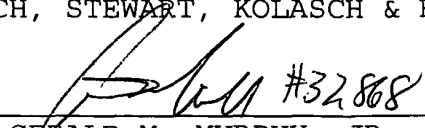
A certified copy of the above-noted application(s) is(are) attached hereto.

If necessary, the Commissioner is hereby authorized in this, concurrent, and future replies, to charge payment or credit any overpayment to deposit Account No. 02-2448 for any additional fees required under 37 C.F.R. 1.16 or under 37 C.F.R. 1.17; particularly, extension of time fees.

Respectfully submitted,

BIRCH, STEWART, KOLASCH & BIRCH, LLP

By:

 #32868
GERALD M. MURPHY, JR.

Reg. No. 28,977

P. O. Box 747

Falls Church, Virginia 22040-0747

Attachment
(703) 205-8000
/rem

日 本 国 特 許 庁
PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

KIMURA, Tsuneo
B8K6
703-205-8000
171-7890
00+12,2001
10/12/01 #2

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて
いる事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed
with this Office.



出 願 年 月 日

Date of Application:

2000年10月12日

出 願 番 号

Application Number:

特願2000-312022

出 願 人

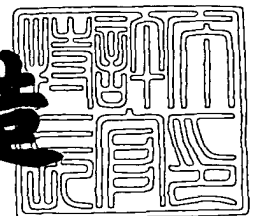
Applicant (s):

信越化学工業株式会社

2001年 3月 9日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3016014

【書類名】 特許願

【整理番号】 12574

【提出日】 平成12年10月12日

【あて先】 特許庁長官 及川 耕造 殿

【国際特許分類】 C08G 77/00

【発明者】

【住所又は居所】 群馬県碓氷郡松井田町大字人見1番地10 信越化学工業株式会社 シリコン電子材料技術研究所内

【氏名】 木村 恒雄

【特許出願人】

【識別番号】 000002060

【氏名又は名称】 信越化学工業株式会社

【代理人】

【識別番号】 100079304

【弁理士】

【氏名又は名称】 小島 隆司

【選任した代理人】

【識別番号】 100103595

【弁理士】

【氏名又は名称】 西川 裕子

【選任した代理人】

【識別番号】 100107733

【弁理士】

【氏名又は名称】 流 良広

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 003207

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

・ 【物件名】 要約書 1
【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物

【特許請求の範囲】

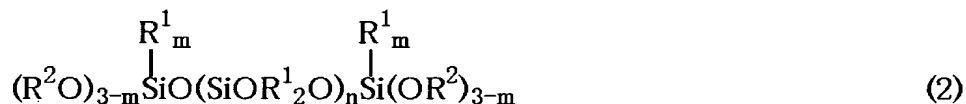
【請求項 1】 (A) 下記一般式 (1)



(式中、 R^1 は炭素数 1 ～ 10 の置換又は非置換の一価の炭化水素基であり、 n は 10 以上の整数である。)

で示されるオルガノポリシロキサン及び／又は下記一般式 (2)

【化 1】



(式中、 R^1 及び n は上記の通りであり、 R^2 は炭素数 1 ～ 6 の置換又は非置換の一価の炭化水素基、 m は独立に 0 又は 1 の整数である。)

で示されるオルガノポリシロキサン 100 重量部、

(B) ケイ素原子に結合した加水分解性基を 1 分子中に 2 個以上有し、かつケイ素原子に結合した残余の基がメチル基、エチル基、プロピル基、ビニル基及びフェニル基から選択される基であるシラン化合物及び／又はその部分加水分解物 0.1 ～ 30 重量部、及び

(C) 下記一般式 (3)

【化 2】



(式中、 R^1 、 R^2 は上記の通りであり、 R^3 は炭素数 1 ～ 10 の二価の炭化水素基、 R^4 は芳香環を含む炭素数 7 ～ 10 の二価の炭化水素基を示し、 p は 1 ～ 3 の整数を表す。但し、 NH 基及び NH_2 基の少なくとも一方は R^4 の芳香環に直結していない。)

で示される有機ケイ素化合物 0.1 ～ 10 重量部

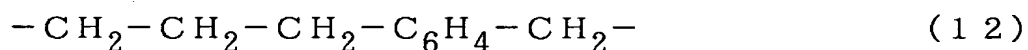
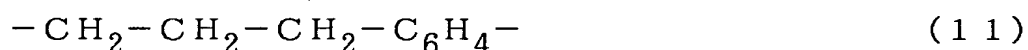
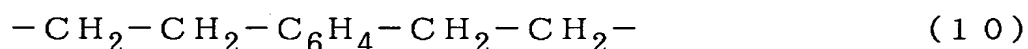
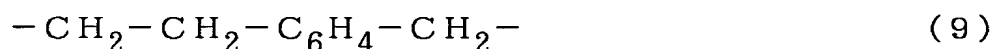
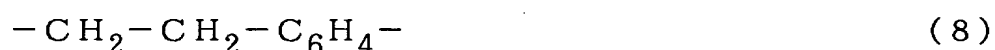
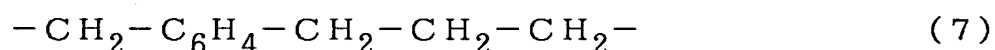
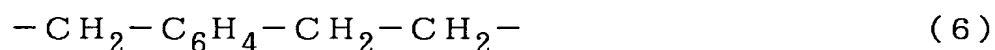
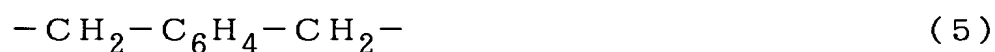
を含有してなることを特徴とする室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物。

【請求項 2】 (B) 成分の加水分解性基がケトオキシム基、アルコキシ基

、イソプロペノキシ基から選ばれることを特徴とする請求項 1 記載の組成物。

【請求項 3】 前記 (C) 成分で示される有機ケイ素化合物の R^2 がメチル基又はエチル基、 R^3 がメチレン基、エチレン基、プロピレン基から選ばれることを特徴とする請求項 1 又は 2 記載の組成物。

【請求項 4】 前記 (C) 成分で示される有機ケイ素化合物の R^4 が以下の構造から選ばれることを特徴とする請求項 1 乃至 3 のいずれか 1 項記載の組成物。



【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は建築用あるいは電気電子部品の接着・固定などに使用される熱水蒸気曝露時の接着性に優れた室温硬化性 (RTV) オルガノポリシロキサン組成物に関する。

【0002】

【従来の技術】

湿気により架橋する RTV (室温硬化性) シリコーンゴムは、その取り扱いが容易な上に耐熱性、接着性、電気特性に優れるため、建材用のシーリング材、電気電子分野での接着剤など様々な分野で利用されている。電気電子部品、特に電子レンジ窓枠シール用途については、耐熱性及び接着性の観点から湿気により架橋するシリコーンゴムが多く使われている。本用途では、被着体であるガラス

及び塗装鋼板に対する初期接着性、耐熱接着性に加え、硬化したゴムを熱水蒸気に曝した際の接着性が要求される。R T Vシリコーンゴムへの接着性付与にはケイ素化合物であるシランカップリング剤の添加が有効であるが、従来使用されてきたアミノプロピルトリエトキシシラン等の各種シランカップリング剤を含有するR T Vシリコーンゴム組成物は、初期接着性、耐熱接着性には優れるものの、要求される熱水蒸気曝露時の接着性向上に有用なものはなかった。

【 0 0 0 3 】

例えば、特開昭 6 1 - 3 1 4 6 1 号公報や特開昭 6 1 - 6 4 7 5 3 号公報にはメルカプトシランとイソシアネート化合物又はポリイソシアネート化合物との反応物を接着助剤として用いたR T Vシリコーンゴム組成物が提案されているが、初期接着性は優れるものの熱水蒸気曝露時の接着性は不十分であった。

【 0 0 0 4 】

【発明が解決しようとする課題】

そこで、本発明の目的は、熱水蒸気曝露時のガラス接着性に優れた室温硬化性シリコーンゴム組成物を提供することにある。

【 0 0 0 5 】

【課題を解決するための手段及び発明の実施の形態】

本発明者は、上記目的を達成するため鋭意検討を行った結果、室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物に下記一般式（3）で示される特定のシラン化合物を配合することにより、従来接着性維持が困難とされた熱水蒸気曝露時のガラス接着性が飛躍的に向上することを見出し、本発明をなすに至った。

【 0 0 0 6 】

即ち、本発明は、

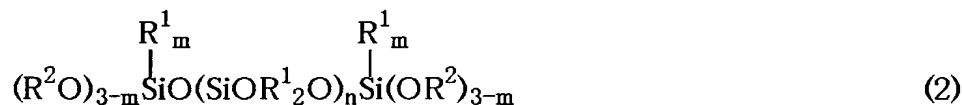
（A）下記一般式（1）



（式中、 R^1 は炭素数 1 ～ 1 0 の置換又は非置換の一価の炭化水素基であり、 n は 1 0 以上の整数である。）

で示されるオルガノポリシロキサン及び／又は下記一般式（2）

【化 3】



(式中、 R^1 及び n は上記の通りであり、 R^2 は炭素数 1 ～ 6 の置換又は非置換の一価の炭化水素基、 m は独立に 0 又は 1 の整数である。)

で示されるオルガノポリシロキサン 1 0 0 重量部、

(B) ケイ素原子に結合した加水分解性基を 1 分子中に 2 個以上有し、かつケイ素原子に結合した残余の基がメチル基、エチル基、プロピル基、ビニル基及びフェニル基から選択される基であるシラン化合物及び／又はその部分加水分解物 0 . 1 ～ 3 0 重量部、及び

(C) 下記一般式 (3)

【化 4】



(式中、 R^1 、 R^2 は上記の通りであり、 R^3 は炭素数 1 ～ 1 0 の二価の炭化水素基、 R^4 は芳香環を含む炭素数 7 ～ 1 0 の二価の炭化水素基を示し、 p は 1 ～ 3 の整数を表す。但し、NH 基及び NH_2 基の少なくとも一方は R^4 の芳香環に直結していない。)

で示される有機ケイ素化合物 0 . 1 ～ 1 0 重量部

を含有してなることを特徴とする室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物を提供する。

【0 0 0 7】

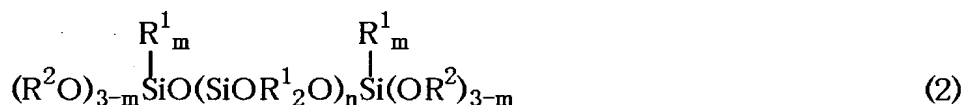
以下、本発明につき更に詳しく説明する。

〔(A) 成分〕

本発明のオルガノポリシロキサン組成物の (A) 成分は、下記一般式 (1) 及び／又は (2) で示されるものである。

【0 0 0 8】

【化 5】



【0 0 0 9】

上記式中、 R^1 は炭素数 1 ～ 1 0 の置換又は非置換の一価の炭化水素基であり、例えばメチル基、エチル基、プロピル基などのアルキル基；シクロヘキシル基などのシクロアルキル基；ビニル基、アリル基などのアルケニル基；フェニル基、トリル基などのアリール基；及びこれらの基の水素結合が部分的にハロゲン原子などで置換された基、例えば 3, 3, 3-トリフルオロプロピル基等である。これらの中では、特にメチル基が好ましい。一般式 (1)、(2) 中の複数の R^1 は同一の基であっても異種の基であってもよく、また n は 1 0 以上の整数であり、特にこのジオルガノポリシロキサンの 2 5℃における粘度が 2 5 ～ 5 0 0, 0 0 0 c S t の範囲、好ましくは 5 0 0 ～ 1 0 0, 0 0 0 c S t の範囲となる整数である。

【0 0 1 0】

また、 R^2 は炭素数 1 ～ 6 の一価の炭化水素基であり、例えば、メチル基、エチル基、プロピル基などのアルキル基、シクロヘキシル基などのシクロアルキル基、ビニル基、アリル基、プロペニル基などのアルケニル基、フェニル基などが挙げられるが、メチル基が好ましい。 m はそれぞれ独立に 0 又は 1 である。

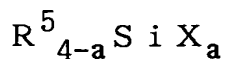
【0 0 1 1】

〔(B) 成分〕

(B) 成分は、ケイ素原子に結合した加水分解性基を 1 分子中に平均 2 個以上有し、かつケイ素原子に結合した残余の基がメチル基、エチル基、プロピル基、ビニル基及びフェニル基から選択される基であるシラン化合物及び／又はその部分加水分解物である。

【 0 0 1 2 】

この場合、シラン化合物は、



(R^5 はメチル基、エチル基、プロピル基、ビニル基、フェニル基から選択される基、Xは加水分解性基、aは2又は3である。)

で表すことができ、1種又は2種以上の混合物であってもよい。

【 0 0 1 3 】

(B)成分のシラン化合物及びその部分加水分解物が有する加水分解性基としては、例えばケトオキシム基、アルコキシ基、アセトキシ基、イソプロペノキシ基等が挙げられ、ケトオキシム基、アルコキシ基、イソプロペノキシ基が好ましい。

【 0 0 1 4 】

(B)成分の具体例としては、メチルトリス(ジメチルケトオキシム)シラン、メチルトリス(メチルエチルケトオキシム)シラン、エチルトリス(メチルエチルケトオキシム)シラン、メチルトリス(メチルイソブチルケトオキシム)シラン、ビニルトリス(メチルエチルケトオキシム)シラン、フェニルトリス(メチルエチルケトオキシム)シランなどのケトオキシムシラン及びメチルトリメトキシシラン、ジメチルジメトキシシラン、ビニルトリメトキシシラン、フェニルトリメトキシシラン、メチルトリエトキシシラン等のアルコキシシラン、メチルトリイソプロペノキシシラン、エチルトリイソプロペノキシシラン、ビニルトリイソプロペノキシシラン等のイソプロペノキシ基含有シラン、メチルトリアセトキシシラン、エチルトリアセトキシシラン、ビニルトリアセトキシシランなどのアセトキシシランの各種シラン、並びにこれらのシランの部分加水分解縮合物が挙げられる。

【 0 0 1 5 】

(B)成分の配合量は、(A)成分100重量部に対して0.1～30重量部、好ましくは0.5～20重量部、特に好ましくは1～15重量部の範囲で使用される。0.1重量部未満では十分な架橋が得られず、目的とするゴム弾性を有する組成物が得難く、30重量部を超えると得られる硬化物は機械特性が低下し

易い。

【0 0 1 6】

〔(C) 成分〕

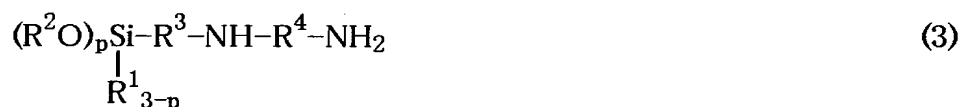
(C) 成分の有機ケイ素化合物は、本発明の組成物において熱水蒸気曝露時の接着性を高める重要な作用を有する成分である。

【0 0 1 7】

(C) 成分の有機ケイ素化合物は、NH基（イミノ基）とNH₂基（アミノ基）とを有し、NH基とNH₂基との間に芳香環を含み、更にNH基とNH₂基の少なくとも一方が芳香環に直結していないようなアルコキシシラン化合物であり、詳しくは特開平5-105689号公報に記載されている。この化合物は下記一般式(3)で示される。

【0 0 1 8】

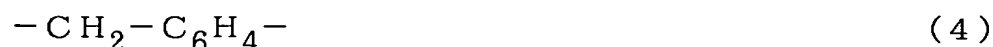
【化6】

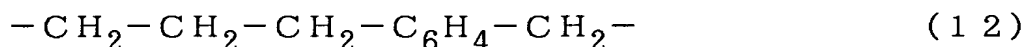
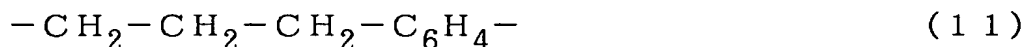
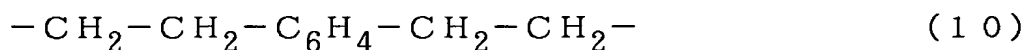
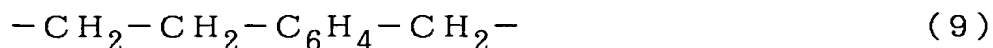
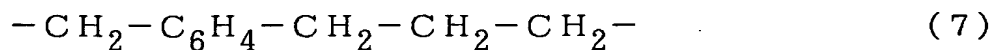
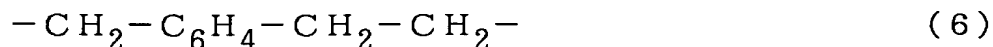


(式中、R¹、R²は上記の通りであり、R³は炭素数1～10の二価の炭化水素基、R⁴は芳香環を含む炭素数7～10の二価の炭化水素基を示し、pは1～3の整数を表す。但し、NH基及びNH₂基の少なくとも一方はR⁴の芳香環に直結していない。)

【0 0 1 9】

この場合、式(3)において、R²はメチル基又はエチル基であることが好ましく、R³はメチレン基、エチレン基、プロピレン基、テトラメチレン基、ヘキサメチレン基、オクタメチレン基、デカメチレン基、2-メチルプロピレン基等のアルキレン基、フェニレン基等のアリーレン基、これらアルキレン基とアリーレン基とが結合した基などが挙げられるが、好ましくはメチレン基、エチレン基、プロピレン基等が挙げられ、特に好ましくはプロピレン基である。また、R⁴としては、フェニレン基とアルキレン基とが結合した基が好ましく、例えば下記式(4)～(12)で示されるものが挙げられる。





これらの中で、特に好ましくは (5) である。

【 0 0 2 0 】

この場合、フェニレン基の右側 (式 (3) において NH_2 側) に結合するアルキレン基 (アルキレン基がない場合は $-NH_2$ 基となる) は、オルト位、メタ位、パラ位であってもよい。

【 0 0 2 1 】

上記一般式 (3) で示される有機ケイ素化合物としては、下記式 (13) ~ (123) のものが例示される。

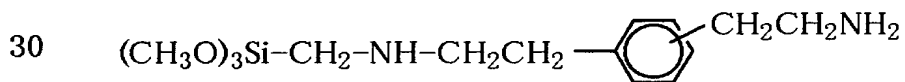
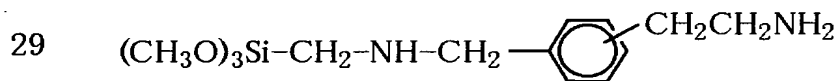
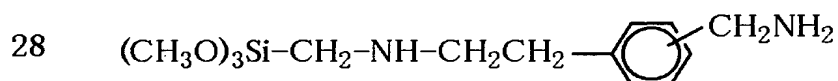
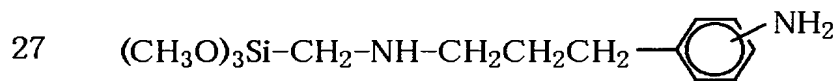
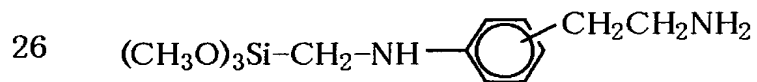
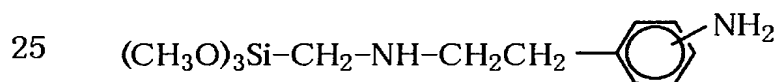
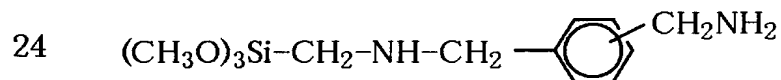
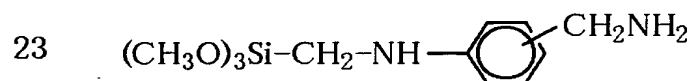
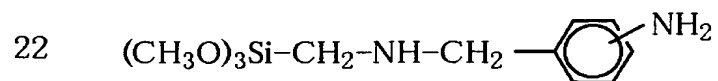
【 0 0 2 2 】

【化 7】

- 13 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{NH}_2$
- 14 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{NH}_2$
- 15 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$
- 16 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{NH}_2$
- 17 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{NH}_2$
- 18 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$
- 19 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{NH}_2$
- 20 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$
- 21 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{NH}_2$

【 0 0 2 3 】

【化 8】



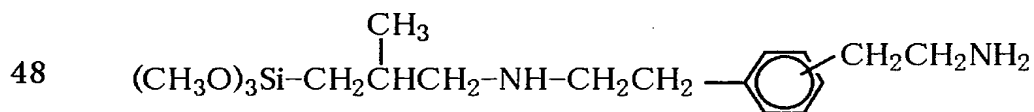
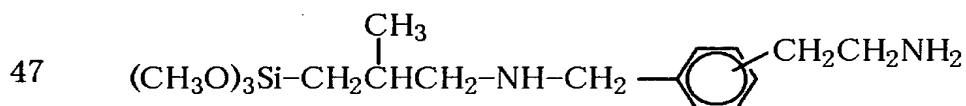
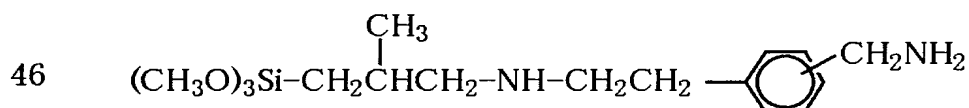
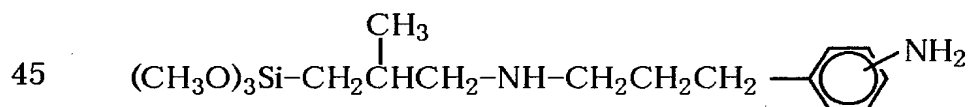
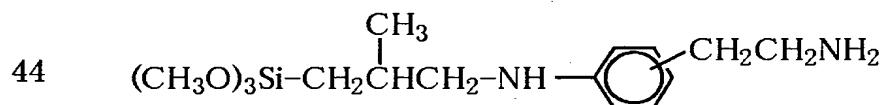
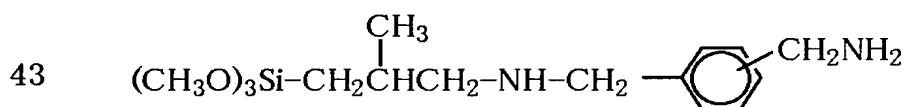
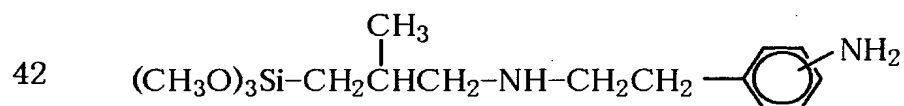
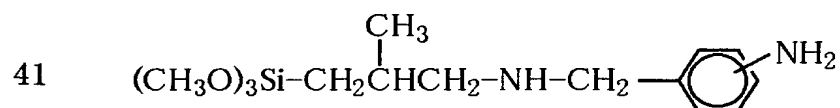
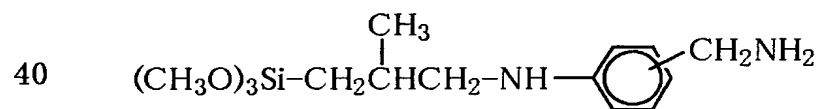
【 0 0 2 4 】

【化 9】

- 31 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{NH}_2$
- 32 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{NH}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{NH}_2$
- 33 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{NH}_2$
- 34 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{NH}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$
- 35 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{NH}_2$
- 36 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{NH}_2$
- 37 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$
- 38 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$
- 39 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{NH}_2$

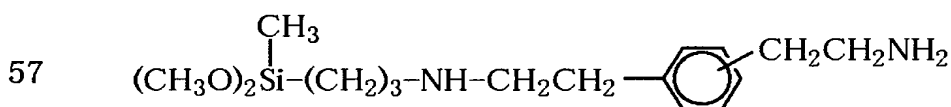
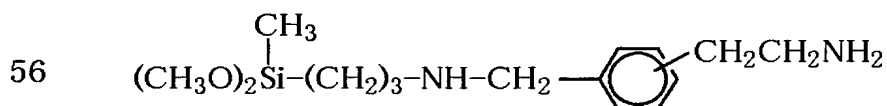
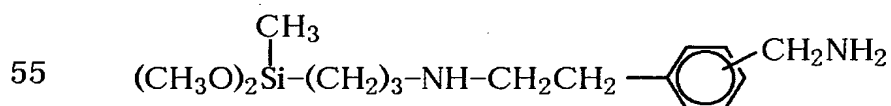
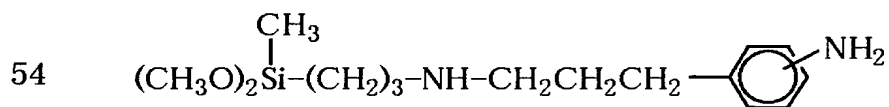
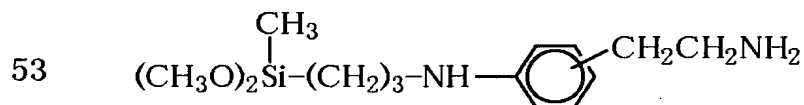
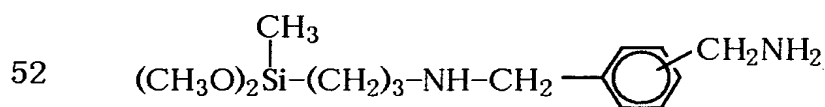
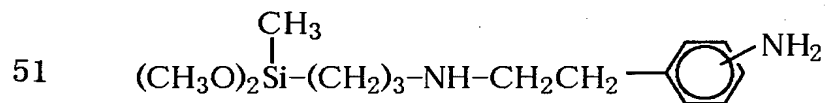
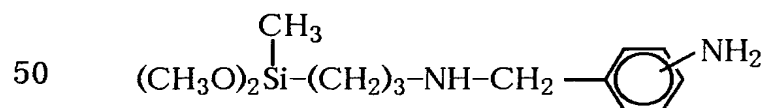
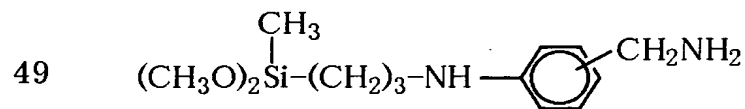
【 0 0 2 5】

【化 1 0】



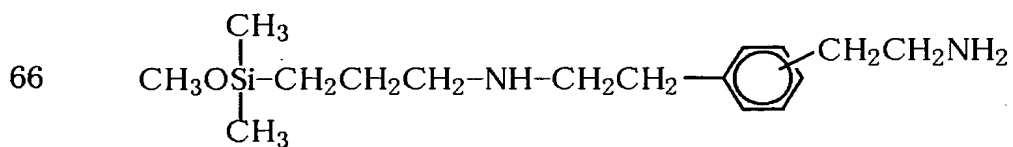
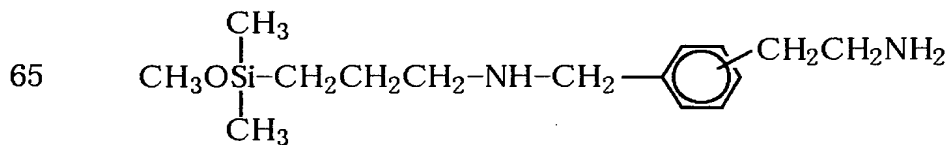
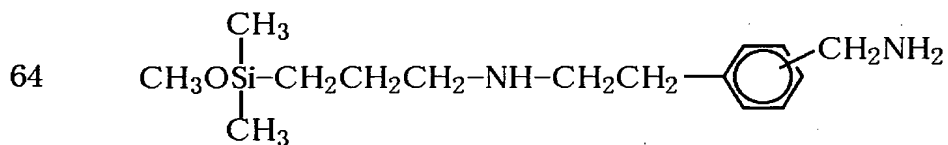
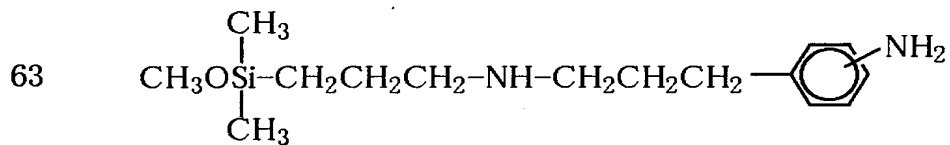
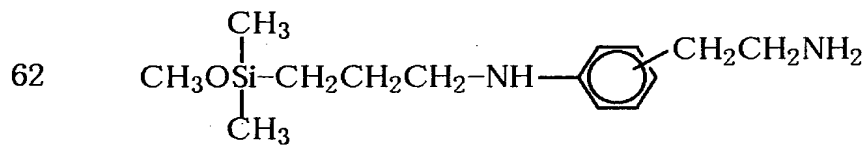
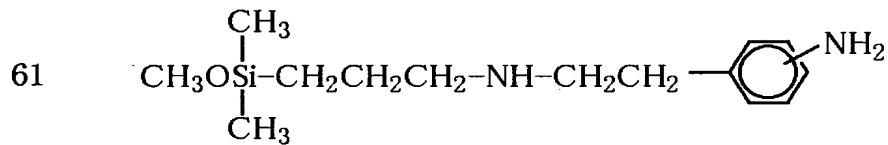
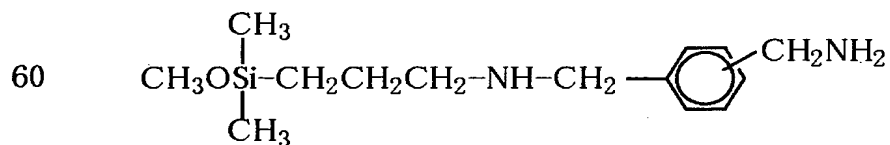
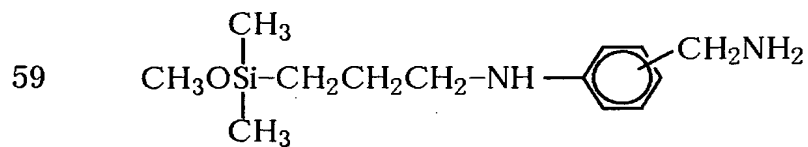
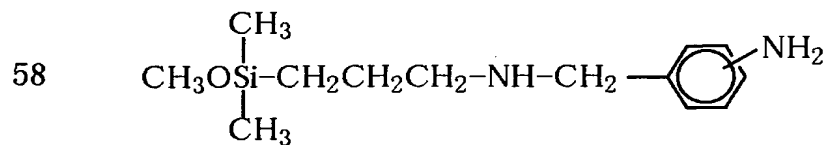
【 0 0 2 6】

【化 1 1】



【 0 0 2 7】

【化 1 2】



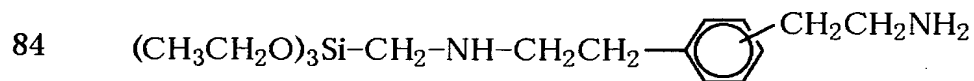
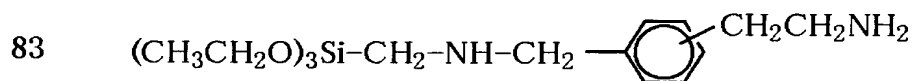
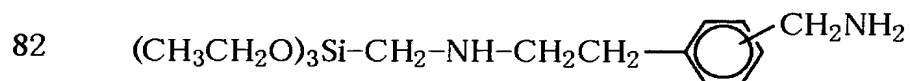
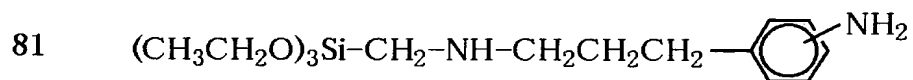
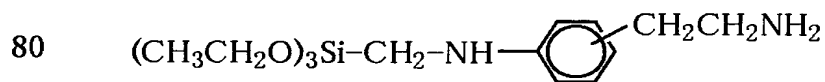
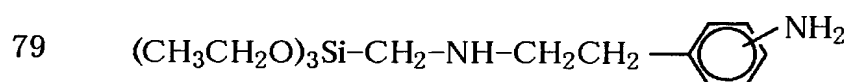
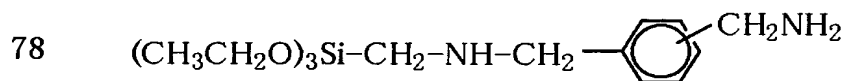
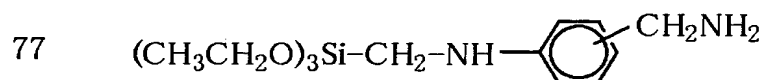
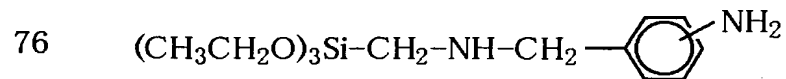
【 0 0 2 8】

【化 1 3】

- 67 $(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{NH}_2$
- 68 $(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{NH}_2$
- 69 $(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{NH}_2$
- 70 $(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$
- 71 $(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{NH}_2$
- 72 $(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{NH}_2$
- 73 $(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{NH}_2$
- 74 $(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$
- 75 $(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_3-\text{NH}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$

【 0 0 2 9】

【化 1 4】



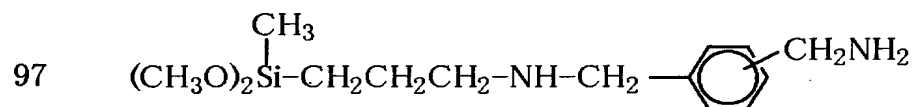
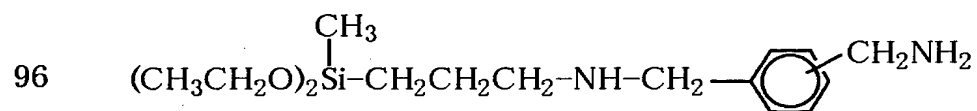
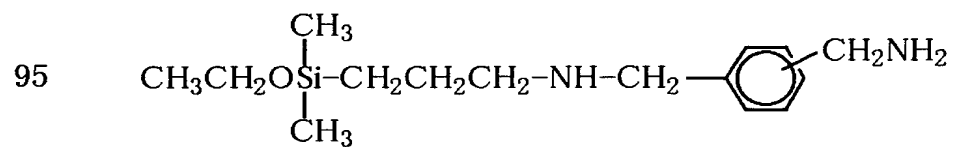
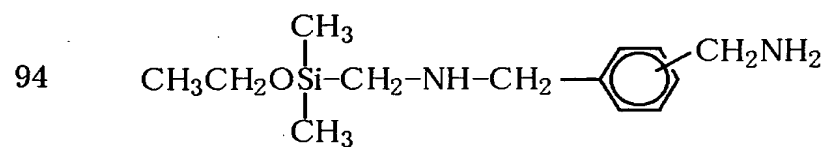
【 0 0 3 0】

【化 1 5】

- 85 $(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O})_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{NHCH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{NH}_2$
- 86 $(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O})_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{NHC}_6\text{H}_4\text{CH}_2\text{NH}_2$
- 87 $(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O})_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{NHCH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}_2\text{NH}_2$
- 88 $(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O})_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{NH}_2$
- 89 $(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O})_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{NHC}_6\text{H}_4\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$
- 90 $(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O})_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{NH}_2$
- 91 $(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O})_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}_2\text{NH}_2$
- 92 $(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O})_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{NHCH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$
- 93 $(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O})_2\text{Si}(\text{CH}_3)_2\text{CH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{NHCH}_2\text{CH}_2\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$

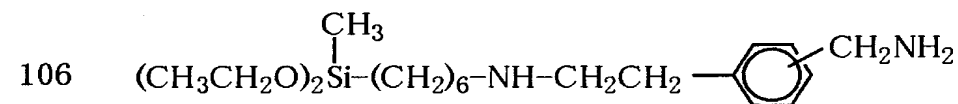
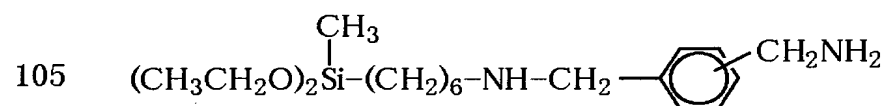
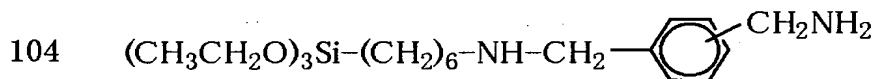
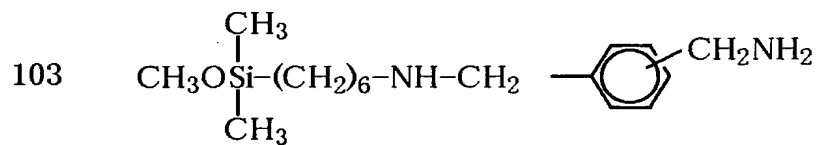
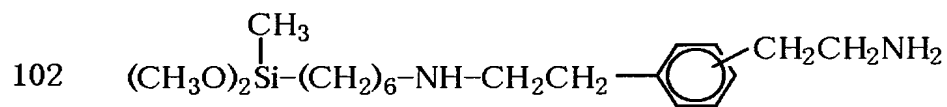
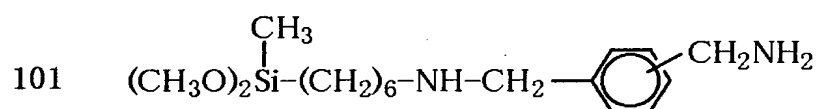
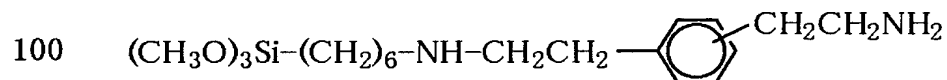
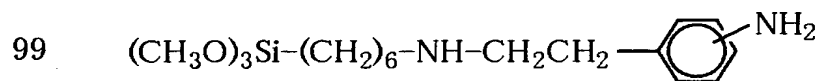
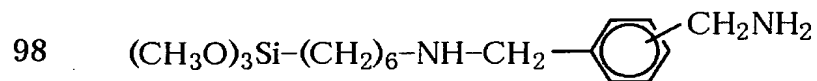
【 0 0 3 1 】

【化 1 6】



【 0 0 3 2 】

【化 1 7】



【 0 0 3 3 】

【化 1 8】

- 107 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_{10}-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{NH}_2$
- 108 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_{10}-\text{NH}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$
- 109 $(\text{CH}_3\text{O})_2\overset{\text{CH}_3}{\underset{|}{\text{Si}}}-(\text{CH}_2)_{10}-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{NH}_2$
- 110 $(\text{CH}_3\text{O})_2\overset{\text{CH}_3}{\underset{|}{\text{Si}}}-(\text{CH}_2)_{10}-\text{NH}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{NH}_2$
- 111 $\text{CH}_3\text{O}\overset{\text{CH}_3}{\underset{\text{CH}_3}{| \text{Si}}}-(\text{CH}_2)_{10}-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{NH}_2$
- 112 $(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_{10}-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{NH}_2$
- 113 $(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O})_2\overset{\text{CH}_3}{\underset{|}{\text{Si}}}-(\text{CH}_2)_{10}-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{NH}_2$
- 114 $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O}\overset{\text{CH}_3}{\underset{\text{CH}_3}{| \text{Si}}}-(\text{CH}_2)_{10}-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{NH}_2$

【 0 0 3 4 】

【化 1 9】

- 115 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_8-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{NH}_2$
- 116 $(\text{CH}_3\text{O})_2\text{Si}(\text{CH}_3)-(\text{CH}_2)_8-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{NH}_2$
- 117 $\text{CH}_3\text{OSi}(\text{CH}_3)_2-(\text{CH}_2)_8-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{NH}_2$
- 118 $(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O})_3\text{Si}-(\text{CH}_2)_8-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{NH}_2$
- 119 $(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O})_2\text{Si}(\text{CH}_3)-(\text{CH}_2)_8-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{NH}_2$
- 120 $(\text{CH}_3\text{O})_3\text{Si}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{NH}_2$
- 121 $(\text{CH}_3\text{O})_2\text{Si}(\text{CH}_3)-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{NH}_2$
- 122 $(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O})_3\text{Si}-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{NH}_2$
- 123 $(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{O})_2\text{Si}(\text{CH}_3)-\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2-\text{NH}-\text{CH}_2-\text{C}_6\text{H}_4-\text{CH}_2\text{NH}_2$

【 0 0 3 5】

この (C) 成分の有機ケイ素化合物は、(A) 成分 1 0 0 重量部に対して 0. 1 ~ 1 0 重量部、好ましくは 1 ~ 5 重量部使用される。

【 0 0 3 6】

[その他の成分]

また、本発明には、上記成分以外に一般に知られている充填剤、触媒などを配

合することが好ましい。

【 0 0 3 7 】

充填剤としては、粉碎シリカ、煙霧状シリカ、湿式シリカ、アセチレンブラック等の炭素系粉末、炭酸カルシウム、炭酸亜鉛、塩基性炭酸亜鉛、酸化亜鉛、酸化マグネシウムなどが挙げられる。これらの充填剤の配合量は、(A)成分100重量部に対して0～500重量部、好ましくは2～200重量部、特に好ましくは3～100重量部である。

【 0 0 3 8 】

触媒としては、有機錫エステル化合物、有機錫キレート化合物、アルコキシチタン化合物、チタンキレート化合物、グアニジル基を有するケイ素化合物などの公知の縮合反応用触媒が挙げられる。これらの触媒は、触媒量で用いられるが、通常(A)成分100重量部に対して10重量部以下、好ましくは0.001～10重量部、特に好ましくは0.01～5重量部とすることができる。

【 0 0 3 9 】

また、必要に応じて各種特性を改良するために、例えば、チクソ性向上剤としてのポリエーテル、顔料、防かび剤、抗菌剤などの添加剤を添加してもよい。

【 0 0 4 0 】

本発明の組成物は、上記(A)～(C)成分を品川ミキサーやプラネタリーミキサー、フロージェットミキサー等の通常使用されている混練機を用いて、好ましくは無水の状態で混練りすることにより得ることができる。

【 0 0 4 1 】

【実施例】

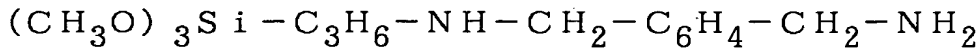
以下、実施例及び比較例を示し、本発明を具体的に説明するが、本発明は下記の実施例に制限されるものではない。

【 0 0 4 2 】

【実施例1】

25℃における粘度が900cStで、末端がトリメトキシシリル基で封鎖されたポリジメチルシロキサン90重量部に、表面をジメチルジクロロシランで処理した煙霧状シリカ10重量部を加え、混合機で混合した後、ビニルトリメトキ

シラン 2 重量部、ジオクチル錫ジラウレート 0. 1 重量部を加え、減圧下で完全に混合し、更に下記一般式

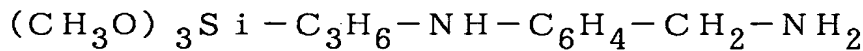


で示されるシラン化合物を 2. 0 重量部加え、減圧下で完全に混合し、組成物 1 を得た。

【 0 0 4 3 】

〔実施例 2〕

2 5℃における粘度が 7 0 0 c S t で末端がシラノール基で封鎖されたポリジメチルシロキサン 9 0 重量部に、アセチレンブラック 1 0 重量部を加え、混合機で混合した後、メチルトリブタノオキシムシラン 6 重量部、ジブチル錫ジオクテート 0. 1 重量部を加え、減圧下で完全に混合し、更に下記一般式

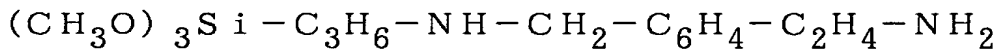


で示されるシラン化合物を 2. 0 重量部加え、減圧下で完全に混合し、組成物 2 を得た。

【 0 0 4 4 】

〔実施例 3〕

2 5℃における粘度が 7 0 0 c S t で末端がシラノール基で封鎖されたポリジメチルシロキサン 9 0 重量部に、アセチレンブラック 1 0 重量部を加え、混合機で混合した後、ビニルトリイソプロペノキシシラン 6 重量部、テトラメチルグアニジルプロピルトリメトキシシラン 0. 5 重量部を加え、減圧下で完全に混合し、更に下記一般式



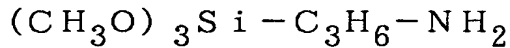
で示されるシラン化合物を 2. 0 重量部加え、減圧下で完全に混合し、組成物 3 を得た。

【 0 0 4 5 】

〔比較例 1〕

2 5℃における粘度が 7 0 0 c S t で末端がシラノール基で封鎖されたポリジメチルシロキサン 9 0 重量部に、アセチレンブラック 1 0 重量部を加え、混合機で混合した後、ビニルトリイソプロペノキシシラン 6 重量部、テトラメチルグア

ニジルプロピルトリメトキシシラン0.5重量部を加え、減圧下で完全に混合し、更に下記一般式

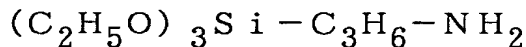


で示されるシラン化合物を2.0重量部加え、減圧下で完全に混合し、組成物4を得た。

【0046】

〔比較例2〕

25℃における粘度が700 cStで末端がシラノール基で封鎖されたポリジメチルシロキサン90重量部に、アセチレンブラック10重量部を加え、混合機で混合した後、ビニルトリイソプロペノキシシラン6重量部、テトラメチルゲアニジルプロピルトリメトキシシラン0.5重量部を加え、減圧下で完全に混合し、更に下記一般式

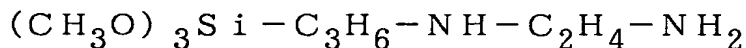


で示されるシラン化合物を2.0重量部加え、減圧下で完全に混合し、組成物5を得た。

【0047】

〔比較例3〕

25℃における粘度が700 cStで末端がシラノール基で封鎖されたポリジメチルシロキサン90重量部に、アセチレンブラック10重量部を加え、混合機で混合した後、ビニルトリイソプロペノキシシラン6重量部、テトラメチルゲアニジルプロピルトリメトキシシラン0.5重量部を加えて、減圧下で完全に混合し、更に下記一般式



で示されるシラン化合物を2.0重量部加え、減圧下で完全に混合し、組成物6を得た。

【0048】

被着体としてガラスを用意し、表面をトルエンで拭いた後に上記組成物1～6を10mm幅で1mm厚に塗布し、23℃、50%RHにて3日間硬化させて試験体を調製した。試験体の一部にカッターで切込みを入れ、垂直方向に引き剥が

してその初期接着性を確認した。更に試験体を飽和水蒸気に 1 5 分間曝露させた後、水分を拭き取り、2 0 ℃，5 0 % R H にて 1 0 分間放置後にゴムを引き剥がして劣化後接着性を確認した。

【 0 0 4 9 】

【表 1】

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	比較例 1	比較例 2	比較例 3
	組成物 1	組成物 2	組成物 3	組成物 4	組成物 5	組成物 6
初期接着性	接着	接着	接着	接着	接着	接着
劣化後接着性	接着	接着	接着	剥離	剥離	剥離

【 0 0 5 0 】

【発明の効果】

本発明の室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物によれば、熱水蒸気曝露時の接着性に優れたシリコンゴムが得られる。このシリコンゴムは、特に水回りに用いるシーリング材、水蒸気に曝される電気電子部品の接着・固定等に有用である。

【書類名】 要約書

【要約】

【解決手段】 (A) $\text{HO}(\text{SiR}^1_2\text{O})_n\text{H}$ 及び／又は $(\text{R}^2\text{O})_{3-m}\text{R}^1_m\text{SiO}(\text{SiOR}^1_2\text{O})_n\text{SiR}^1_m(\text{OR}^2)_{3-m}$

(R^1 は $\text{C}_{1\sim 10}$ の一価の炭化水素基、 R^2 は $\text{C}_{1\sim 6}$ の一価の炭化水素基、 n は10以上の整数、 m は独立に0又は1の整数である。)

で示されるオルガノポリシロキサン、

(B) ケイ素原子に結合した加水分解性基を1分子中に2個以上有し、かつケイ素原子に結合した残余の基がメチル基、エチル基、プロピル基、ビニル基及びフェニル基から選択される基であるシラン化合物及び／又はその部分加水分解物、

(C) $(\text{RO})_p\text{R}^1_{3-p}\text{SiR}^3\text{NHR}^4\text{NH}_2$

(R^1 、 R^2 は上記の通り、 R^3 は $\text{C}_{1\sim 10}$ の二価の炭化水素基、 R^4 は芳香環を含む $\text{C}_{7\sim 10}$ の二価の炭化水素基、 p は1～3の整数、 NH 基及び NH_2 基の少なくとも一方は R^4 の芳香環に直結していない。)

で示される有機ケイ素化合物

を含有してなることを特徴とする室温硬化性オルガノポリシロキサン組成物。

【効果】 本発明によれば、熱水蒸気曝露時の接着性に優れたシリコーンゴムが得られる。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000002060]

1. 変更年月日 1990年 8月22日

[変更理由] 新規登録

住 所 東京都千代田区大手町二丁目6番1号

氏 名 信越化学工業株式会社